SNI 01-0610-1989

SNI

Standar Nasional Indonesia

Minyak katul

ICS 67.200.10

Badan Standardisasi Nasional BSN

Daftar isi

Minyak katul

1 Ruang lingkup

Standar ini meliputi definisi, syarat mutu, cara pengambilan contoh, cara uji dan cara pengemasan minvak katul.

2 Definisi

Minyak katul adalah minvak yang diperoleh dari katul beras pecah kulit tanaman padi (Oryca Sativa L) yang diekstraksi dengan pelarut lemak dan dimurnikan.

3 Syarat mutu

Svarat mutu minyak katul adalah seperti pada tabel di bawah ini.

Tabel
Minyak Katul

No.	Uraian	Persyaratan
1)	Keadaan (bau, rasa dan warna)	normal
2)	Air	maksimum 0.2 % bobot
3)	Kotoran yang tidak dapat larut	maksimum 0,05 % bobot
4)	Indeks bias pada 40°C	1,460 - 1,470
5)	Bobot jenis, 30°C/30° C	0,910 - 0,920
6)	Bagian tak tersabunkan	maksimum 3,02 %
7)	Bilangan penyabunan	180 - 195 mg KOH/g
8)	Bilangan asam	maksimum 0,6 mg KOH/g
9)	Bilangan iod (Wijs)	92--115 g Iod/100g
10)	Bilangan peroksida	maksimum 10 mgrek/kg
11)	Cemaran logam	
	- Timbal (Pb)	maksimum 0,1 mg/kg
	- Tembaga (Cu)	maksimum 0,1 mg/kg
	- Besi (Fe)	maksimum 2,5 mg/kg
12)	Kadar arsen (As)	maksimum 0,1 mg/kg

4 Cara pengambilan contoh

Sesuai dengan SNI 0429-1989-A/ SII 0427-1981, Petuniuk Pengambilan Contoh Cairan dan Semi Padat.

5 Cara uji

5.1 Keadaan (bau, rasa dan warna)

Pengujian dilakukan secara organoleptis.

5.2 Air

5.2.1 Peralatan

- Pinggan aluminium dengan tutup
- Pengaduk gelas
- Eksikator
- Lemari pengering listrik
- Pasir laut halus atau kertas saring berlipat.

5.2.2 Prosedur

Kedalam pinggan isikan 10 - 15 g pasir laut yang telah bersih (atau kertas saring berlipat) berikut sehatang pengaduk. Keringkan selama 1 jam pada suhu 105°C lalu didinginkan dan ditimbang. Ke dalam pinggan tersebut
masukan 5 - 10 g contoh minyak dan aduk hingga serba lama. Keringkan selama 30 menit pada suhu 105°C, kemudian didinginkan dan ditimbang. Ulangi pekerjaan ini sampai diperoleh bobot tetap.

5.2.3 Perhitungan:

$$\text{Air yang hilang pada pemanasan } 105°\text{C} = \frac{\text{bobot yang hilang}}{\text{bobot contoh}} \times 100\ \%$$

5.3 Kotoran yang Tidak Dapat Larut

5.3.1 Peralatan

- Erlenmeyer 300 - 500 ml, bertutup asah
- Corong gelas dan kertas saring halus
- Lemari pengering listrik.

5.3.2 Pelarut

Dietileter (netral) atau eter minyak tanah (titik didih 40 -- 60°C) atau karbon bisulfida.

5.3.3 Prosedur

Timbang dengan teliti 20 g contoh minyak dalam Erlenmeyer dan tambahkan 200 ml pelarut eter, eter minyak tanah atau karbonbisulfida . Tutup dan kocok dengan kuat. Suhu diatur pada 20°C selama 20 menit untuk pelarut yang menggunakan dietileter maupun eter minyak tanah atau selama 12 jam, bila pelarut yang digunakan karbon bisulfida. Saring melalui kertas saring yang terlebih dahulu telah dikeringkan (165°C) dan ditimbang. Bilasi penyaring

itu dengan pelarut sampai hebas dari minyak (tetes terakhir pada kertas saring tidak meninggalkan noda minyak). Lepaskan kertas saring dari corong dan biarkan pelarut itu menguap lalu keringkan dalam lemari pengering pada suhu 105°C dan timbang sampai bobot tetap.

5.3.4 Perhitungan:

$$\text{Kadar kotoran yang tak dapat larut} = \frac{\text{bobot kotoran}}{\text{bobot contoh}} \times 100\ \%$$

5.4 Indek bias

5.4.1 Peralatan

- Refraktometer.

5.4.2 Prosedur

Teteskan contoh minyak ke dalam ruang diantara ke dua prisma alat repraktometer, ukur suhu prisma dengan mengalirkan air hangat (40°C). Biarkan paling sedikit 5 menit agar suhu minyak dan prisma tetap (stabil) sebelum pembacaan. Gunakan sinar natrium untuk maksud ini.

5.4.3 Perhitungan:

Bila suhu pembacaan bukan 40°C, maka digunakan faktor koreksi untuk penyesuaian suhu adalah 0,00036 tiap derajat Celcius.
Rumus :

n_{D}^{40} = n + (t − 40) 0,0036, bila lebih dari 40° C.

n_{D}^{40} = n − (40 − t) 0,0036, bila kurang dari 40°C

n_{D}^{40} = indeks bias pada 40°C diperoleh dengan menggunakan sinar natrium.

5.5 Bobot Jenis

5.5.1 Peralatan

- Piknometer
- Penangas air dengan pengatur suhu
- Termometer dengan ketelitian 0,1 atau 0,2

5.5.2 Prosedur

Minyak yang telah disaring dan didinginkan sampai kira-kira 25°C, isikan ke dalam piknometer.

Tutup dan rendam dalam penangas air pada 30°C selama 30 menit dengan hati-hati bersihkan setiap minyak yang ke luar melalui pipa kapiler yang terbuka. Angkat dari penangas air, bersihkan, keringkan dan timbang.

5.5.3 Perhitugan

$$\text{Bobot jenis pada } 30^{\circ}\text{C} = \frac{W_1 - W}{W_2 - W}$$

di mana :

W_1 = bobot piknometer berisi minyak pada 30°C

W = bobot piknometer kosong

W_2 = bobot piknometer berisi air pada 30°C.

5.6 Bagian tak tersabunkan

5.6.1 Peralatan

- Erlenmeyer 250 ml, dihuhungkan dengan pendingin udara
- Corong pemisah 500 ml
- Gelas piala 300 - 500 ml
- Lemari pengering listrik
- Eksikator.

5 6.2 Pereaksi

- Eter minvak tanah
- 0.5 N larutan KOH dalam alkohol

5.6.3 Prosedur

Timbang 5-10 g contoh minyak dalam Erlenmeyer. Tambahkan 50 ml 0,5 N larutan KOH dan beberapa butir batu didih. Hubungkan dengan pendingin udara dan dididihkan selama 2 jam, pendingin diangkat, larutan biarkan mendidih sampai isi tersisa kira-kira 25 ml.

Pindahkan campuran tadi ke dalam corong pemisah, lalu bilas dengan air. Encerkan dengan air sampai 250 ml, tambahkan 100 ml eter, lalu corong pemisah ditutup dan dikocok selama 1 menit. Biarkan sampai terjadi pemisahan yang sempurna. Keluarkan lapisan air dan pindahkan ke dalam corong pemisah yang lain dan ulangi pekerjaan ini dengan 60 ml eter. Setelah terjadi pemisahan, lapisan air dipisahkan ke dalam piala. Lapisan eter dikembalikan ke dalam corong pertama sambil dibilas dengan air. Kembalikan lapisan air ke dalam corong pemisah dan ekstrak lagi dengan 60 ml eter seperti semula.

Kocok larutan eter dengan 25 ml air sebanyak 2 kali dan satukan lapisan air ke dalam piala semula. Goyangkan corong pemisah hingga tetes air terkumpul dan pisahkan dengan

sempurna, kemudian bubuhi Na_2SO_4 kering. Keluarkan larutan eter ke dalam lahu 250 ml yang ditambah beberapa butir batu didih yang diketahui hobotnya melalui corong yang diberi penyaring kapas, lalu corong pemisah dibilas kembali dengan beberapa ml eter. Kemudian sebagian besar eter disulingkan sampai hampir kering, lalu diangkat, divapkan di atas penangas air sampai kering. Masukkan ke dalam lemari pengering pada suhu 105 C selama 30 menit. Dinginkan dalam eksikator lalu timbang sampai bobot tetap.

5.6.4 Perhitungan:

$$\text{Bagian tak tersabunkan} = \frac{W_2}{W_1} \times 100\%$$

di mana :
W_1 = bobot contoh
W_2 = bobot sisa penguapan

5.7 Bilangan penyabunan

5.7.1 Peralatan

- Erlenmeyer 300 ml, dihubungkan dengan pendingin udara
- Pipet 25 ml
- Buret 50 ml

5.7.2 Pereaksi

- Indikator phenolftalin
- 0,5 N larutan KOH dalam alkohol
- 0,5 N larutan HCl

5.7.3 Prosedur

Timbang 2 g contoh minyak dalam Erlenmeyer
Tambahkan 25 ml larutan KO11 dan didihkan selama 1 jam di bawah pendingin udara. Didinginkan dan tambahkan 4 - 5 tetes indikator phenolftalin lalu titar dengan 0,5 N larutan HCl sampai warna larutan tepat berubah menjadi merah jambu. Ulangi prosedur di atas tanpa contoh (minyak) untuk blanko.

5.7.4 Perhitungan:

$$\text{Bilangan penyabunan} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 56,1}{W}$$

di mana :
V_1 = ml larutan
V_2 = ml larutan
W = bobot contoh

N = normalitas larutan

5.8 Bilangan asam

5.8.1 Peralatan

- Erlenmeyer 250 ml
- Buret 25 - 50 ml.

5.8.2 Pereaksi

- Larutan baku kalium hidroksida (KOH) dalam alkohol
- Indikator phenolftalin
- Campuran etil alkohol dan dietil eter (1 : 1), netral terhadap 'phenolftalin.

5.8.3 Prosedur

Timbang 5 10 g contoh minyak dalam Erlenmeyer. Tambahkan 100 - 150 ml larutan campuran dan aduk dengan baik. Tambahkan 4 - 5 tetes indikator pp dan titar dengan larutan baku KOH hingga warna larutan tepat berubah menjadi merah jambu.

5.8.4 Perhitungan:

$$\text{Bilangan asam} = \frac{V \times N \times 56,1}{W}$$

di mana :

V = ml larutan baku KOH yang diperlukan

N = normalitas larutan baku KOH

W = bobot contoh

5.9 Bilangan Iod

5.9.1 Peralatan

- Labu Erlenmeyer 300 - 500 ml bertutup asah
- Pipet 25 ml
- Buret 50 ml
- Botol berwarna.

5.9.2 Pereaksi

- Larutan kalium iodida (KI) 30%
- 0,1 N larutan baku natrium tio sulfat
- Karbon tetra klorida
- Larutan indikator kanji 1%
- Larutan wijs

Pembuatan larutan wijs :

Sebanyak 13 g Iod dilarutkan dalam 1 liter asam asetat glasial (99%) dan aliri gas klor (jangan berlebihan) sehingga jumlah klor yang terikat setara dengan Iod. vaitu diperlukan 3,6 g klor untuk mengetahui apakah jumlah tersebut sudah cukup, labu erlenmeyer berisi asam asetat ditimbang sebelum dan sesudah dialiri gas klor atau dengan cara lain yaitu dengan memperhatikan perubahan warna dari coklat menjadi warna coklat muda kekuning-kungan. Larutan wijs masukkan dalam botol berwarna dan simpan dalam tempat gelap.

5.9.3 Prosedur

Timbang contoh minyak dengan teliti sebanyak 0,25 g, dimasukkan ke dalam labu Erlenmeyer bertutup asah. Larutkan dengan 15 ml karbon tetra klorida. Dengan pipet (pergunakan pompa isap) tambahkan 25 ml larutan wijs dan simpan selama 30 menit dalam tempat atau kamar gelap. Tambahkan 10 ml larutan KI 30% dan 100 ml air, segera tabu ditutup. Kemudian titar dengan larutan baku tio dan sebagai indikator pergunakan larutan kanji. Ulangi cara kerja di atas tanpa menggunakan contoh minyak (penetapan blangko).

5.9.4 Perhitungan:

$$\text{Bilangan Iod} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 12{,}69}{W}$$

di mana :

V_1 = ml larutan baku natrium tiosulfat untuk penitaran contoh

V_2 = ml larutan baku natrium tiosulfat untuk penitaran blangko

W = bobot contoh minyak

N = normalitas larutan baku $Na_2\ S_2O_7$

5.10 Bilangan peroksida

5.10.1 Peralatan

- Labu Erlenmeyer 300 ml, bertutup asah
- Buret mikro

5.10.2 Pereaksi

- Kloroform murni
- Asam asetat glasial
- Etanol 95%
- Larutan kalium iodida (KI) jenuh dalam air
- 0,002 N larutan baku natrium tiosulfat
- Larutan kanji 1%.

5.10.3 Prosedur

Timbang 2 - 2,5 g contoh minyak dengan teliti dalam sebuah labu Erlenmeyer. Tambahkan 25 ml campuran yang terdiri dari 20 ml asam asetat glasial, 25 ml alkohol 95% dan 55 ml

kloroform. Kemudian tambahkan 1 ml larutan KI sampai benar-benar campur. Tambahkan 50 ml air dan titar dengan 0,002 N larutan tio. Sebagai penunjuk gunakan larutan kanji, ulangi cara kerja di atas untuk penetapan blangko.

5.10.4 Perhitungan

$$\text{Bilangan Peroksida} = \frac{(V_1 - V_2) \times N \times 1000}{W}$$

di mana :

V_1 = ml larutan baku natrium tiosulfat untuk penitaran blangko

V_2 = ml larutan baku natrium tiosulfat untuk penitaran contoh

N = normalitas larutan baku $Na_2\ S_2O_3$

W = bobot contoh minyak.

5.11 Cemaran logam

- Pengabuan kering

  Timbang dengan teliti lehih kurang 10 g contoh minyak dalam cawan, tambahkan larutan asam sulfat (1 : 1) sampai sedikit asam lalu uapkan sampai kering dan panaskan sampai menjadi arang semua.

  Arang tetesi dengan larutan asam nitrat (1 : 1), uapkan lagi sampai kering dan pijarkan. Setelah dingin, abu larutkan dengan larutan HCl (1 : 1) dan 10 ml air, saring dengan kertas saring. Abukan kertas saring berikut isinya, lalu larutkan dengan asam flourida dan asam perklorat. Saring, dan basil itu satukan dengan saringan abu contoh, kemudian encerkan sampai 50 ml dalam lahu ukur.
- Pengabuan basah

  Timbang lebih kurang 10 g contoh minyak dalam tabu Kjeldhal dan tambahkan 5 ml larutan HNO, pekat dan 2 ml larutan H_2SO_4 pekat. Campurkan hingga serba sama, panaskan di atas nyala api secaralangsung. Bila timbul arang, tambahkan 1 ml larutan HNO_3 pekat. Lakukan pemanasan sampai terbentuk larutan jernih (sedikit kuning). Dinginkan lalu ditambahkan beberapa tetes air dan 10 ml larutan H_2O_2 3%. Panaskan lagi sampai timbul asap SO_3. Pindahkan ke dalam labu ukur 50 ml dan encerkan sampai tanda garis.

5.11.1 Timbal

5.11.1.1 Peralatan

- Pipet 10 ml Corong pemisah
- Spektrofotometer.

5.11.1.2 Pereaksi

- Kloroform
- Pereaksi dithizon : 2,5 mg dithizon dalam 100 ml $CHC1_3$

- Larutan pencuci : 10 ml larutan KCN 5% + 5 ml amonia pekat, lalu encerkan menjadi 500 ml.

5.11.1.3 Prosedur

Pipet 10 ml saringan pengabuan kering ke dalam corong pemisah, kemudian tambahkan larutan dithizon (setiap kali penambahan 1 ml), hingga lapisan pereaksi menjadi ungu muda sampai hijau, yang menunjukkan adanya kelebihan pereaksi.

Tambahkan lagi larutan dithizon sampai jumlah seluruhnya 10 ml. Kocok baik-baik, lalu lapisan pereaksinya pisahkan dan kocok dengan 20 ml larutan pencuci sebanyak 2 kali. Lapisan pencuci dibuang sedang lapisan pereaksi dibaca % T-nya pada panjang gelombang 520 nm.

5.11.2 Tembaga

5.11.2.1 Peralatan

- Cawan porselin
- Piper 10 ml
- Corong pemisah
- Spektrofotometer

5.11.2.2 Pereaksi

- Asam pengekstrak campurkan dengan hati-hati 20 ml HCl pekat, 10 ml HNO_3 pekat dan 30 ml air.
- 6 N amonia
- Larutan dietilamonium dietilditiokarbamat 0,1 % dalam $CC1_4$, 20 g amonium sitrat dan 5 g dinatrium dihidrogen etilenadiamina tetra asetat dalam air dan diencerkan sampai 100 ml.
- Indikator biru timol
- Larutan baku Cu (untuk persediaan)
  0,383 g $CuSO_4$, 5 H_2 0 dalam 1 liter 2 NH_2 SO_4 1 ml larutan baku setara dengan 100 g Cu.
- Larutan baku Cu yang digunakan
  Encerkan 10 ml larutan persediaan menjadi 500 ml; 1 ml larutan setara dengan 2 g Cu.

5.11.2.3 Prosedur

Timbang dengan teliti 5 - 20 g contoh dalam cawan porselin, lalu abukan. Tambah 10 ml larutan asam pengekstrak, lalu panaskan perlahan-lahan, saring ke dalam corong pemisah dan cuci, sehingga jumlah isinya 25 ml. Tambahkan 10 ml larutan EDTA sitrat, 5 tetes biru timol dan 6 N amonia, sampai larutan berwarna hijau atau hijau kebiruan. Tambahkan 15 ml larutan dietilamonium dietilditiokarbamat dan kocok campuran itu kuatkuat kemudian biarkan memisah. Lapisan bagian bawah masukkan ke dalam sel spektrofotometer dan segera baca % T-nya. Bandingkan dengan larutan baku pada panjang gelombang 436 nm.

5.11.3 Besi

5.11.3.1 Peralatan

- Erlenmeyer 250 ml bertutup asah
- Gelas piala 300 ml
- Labu ukur 50 ml
- Spektrofotometer

5.11.3.2 Pereaksi

- Larutan asam klorida pekat (bj. 1,18)
- Air brom jenuh
- Asam tioghkolat
- Amonia (bj. 0,080).

5.11.3.3 Persiapan pembuatan standar kurva

- Larutkan 8,625 g amonium ferisulfat dalam air yang mengandung 5 ml asam sulfat encer (1 : 3) dan encerkan hingga 1000 ml.
- Selanjutnya larutan baku itu sebelum digunakan encerkan 100 kali dengan HCI encer hingga diperoleh 1 ml larutan setara dengan 10 g Fe.
- Pipet 0 (blanko) 5, 10, 15 dan 25 ml larutan baku besi ke dalam 5 labu ukur 50 ml.
- Tambahkan 5 ml air, 3 ml HCl pekat, beberapa tetes asam tioghkolat dan beberapa tetes larutan amonia hingga larutan tepat menjadi basa terhadap kertas lakmus. Dinginkan dan encerkan dengan air sampai 50 ml, lalu kocok.
- Tetapkan warna larutan baku besi dengan spektrofotometer dan buatlah kurva antara/ig besi terhadap absorber.

5.11.3.4 Prosedur

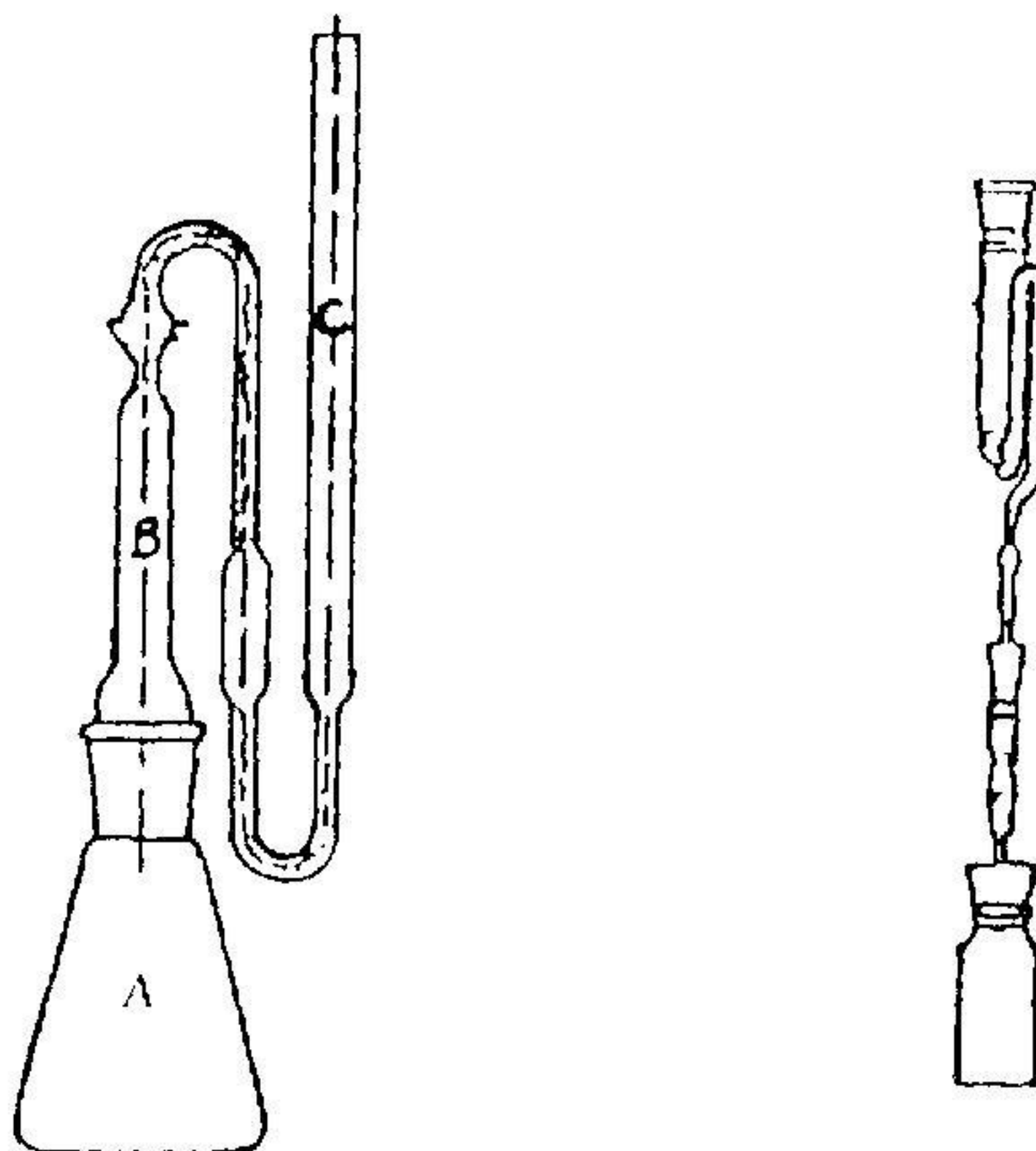
Timbang 25 g minyak dalam tabu Erlenmeyer.

Tambah 15 ml air dan 20 ml HCl pekat serta heberapa butir batu didih. Didihkan (reffluk) selama I jam. Pindahkan ke dalam corong pemisah, lalu kocok. Keluarkan lapisan larutan dalam air melalui kertas caring halus dan tampung dalam gelas piala.

Bilasi minyak yang ada dalam corong pemisah dua kali berturut-turut dengan 50 ml air panas, lalu tuangkan ke dalam penyaring. Kumpulkan saringan itu dan uapkan sampai 5 ml. Tamhahkan air brom jenuh dan didihkan perlahan-lahan sampai kelebihan brom hilang. Dinginkan dan Pindahkan ke dalam lab() ukur 50 ml. Tamhahkan heberapa tetes asam tioghkolat dan beberapa tetes larutan amonia hingga hereaksi basa terhadap lakmus, lalu encerkan dengan alat spektrofotometer pada panjang gelombang 480 nm.

5.12 Arsen

5.12.1 Peralatan

– Generator Gutzeit

Gambar 1
Peralatan untuk Penetapan

– Labu A kapasitas 125 ml
– Tabung B diameter 13 mm, panjang 10 cm berisi gulungan kapas atau butiran wol katun timbal asetat sampai 2/3 panjang tabung.
– Tabung C diameter 13 mm, panjang 21 cm
– Spektrofotometer.

5.12.2 Pereaksi

- Larutkan $SnC1_2$: 40 g$SnC1_2$. 2 H_2O (bebas arsen) larutkan dalam 100 ml HCl pekat.
- Larutan pembentuk warna SDDC; larutkan 1 g SDDC dalam 200 ml piridin. Simpan dalam botol warna coklat.
- Serbuk Zn (bebas arsen)
- Larutan baku arsen: larutkan 1,320 g $As_2O_{,1}$ dalam 10 ml air yang mengandung 4 g NaOH
- Encerkan dengan air hingga 1 liter (1 ml larutan setara dengan 1 mg As).

5.12.3 Prosedur

Pipet 25 ml larutan contoh dari saringan pengabuan basah, masukkan ke dalam generator Gutzeit (Labu A). Tambah berturut-turut 5 ml HC1 pekat, 2 ml KI 15% dan 8 tetes pereaksi $SnC1_2$. Aduk baik-baik setiap penambahan pereaksi.

Biarkan selama 15 menit untuk menyempurnakan reduksi arsenat menjadi arsenit. Masukkan gulungan kapas atau butiran wol katun timbal asetat ke dalam tabung B.

Pipet 4 ml larutan pembentuk warna ke dalam tabung C, 5 g butiran logam ke dalam labu A dan sambung dengan cepat tabung B dan C dengan tabu A. Biarkan reaksi berlangsung selama 30 menit. Untuk yakin bahwa arsen sudah bereaksi semua rendam labu A dalam air panas selanjutnya larutan dalam tabung C tuangkan langsung ke dalam sel spektrofotomter dan baca % T-nya pads panjang gelombang 535 nm bandingkan dengan larutan baku.

6 Cara Pengemasan

Minyak katul dikemas dalam suatu wadah yang tidak dipengaruhi/ mempengaruhi isi dan tertutup rapat, tidak rusak dalam penyimpanan dan pengangkutan.

7 Syarat penandaan

Pemberian label sesuai dengan peraturan yang berlaku.